



Abstract (Basic): DE 4437837 A

Recovery of a water-immiscible solvent (A), having a lower density than water, from a (A)/water mixt. involves; supplying the mixt. (opt. contg. impurities) to a container filled with water, at a point below the liq. level; and carrying out phase sepn. by passing the mixt. around bends at a sufficient spacing, alternating below and above baffles provided in the upper phase. Also claimed is appts. for the process, comprising a sepn. tank (1) provided with: an outlet (2) defining the phase boundary (3); and inlet (4) above the phase boundary; baffles (5) which guide the liq. stream in the direction of the outlet, such that the liq. alternates above and below the baffles (5); and an outlet (6) for (A).

USE - (A) is esp. recovered from (A) water mixts. obtd. in the granulation of fluoro-polymers (e.g. PTFE).

ADVANTAGE - Pure (A) is recovered inexpensively and almost quantitatively, even from mixts. contg. a relatively large amt. of water, a relatively small amt. of (A) and solid impurities. No fine filters are necessary. Sepn. of valuable minor components (e.g. polymer) is simplified.

Dwg. 1/1

Derwent Class: A14; A35; J01; J04

International Patent Class (Main): B01D-017/028; C02F-000/00; C02F-001/40

International Patent Class (Additional): C08F-006/10; C08J-011/02

RECEIVED

DEC 28 2001

TC 1700



⑮ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 44 37 837 A 1**

⑤① Int. Cl.⁶:
C 02 F 1/40
B 01 D 17/028
C 08 J 11/02
C 08 F 6/10

⑳ Aktenzeichen: P 44 37 837.8
㉔ Anmeldetag: 22. 10. 94
㉕ Offenlegungstag: 25. 4. 96

DE 44 37 837 A 1

㉑ Anmelder:
Hoechst AG, 65929 Frankfurt, DE

㉒ Erfinder:
Straßer, Herbert, 84508 Burgkirchen, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Verfahren und Vorrichtung zur Rückgewinnung nicht wassermischbarer Lösemittel

⑤⑦ Die Rückgewinnung von organischen, mit Wasser nicht mischbaren Lösemitteln mit einer Dichte, die geringer als die von Wasser ist, erfolgt in einem Trennbecken mit einem Auslauf, der die Phasengrenze definiert, einem in bezug auf diese Phasengrenze höher einmündenden Zulauf für das Lösemittel-Wasser-Gemisch, Einbauten, die oberhalb der Phasengrenze angeordnet sind und den Lösemittelstrom abwechselnd oberhalb und unterhalb dieser Einbauten führen, sowie einem Auslauf für das abgetrennte Lösemittel.

DE 44 37 837 A 1

Die Erfindung betrifft die Rückgewinnung von organischen Lösemitteln mit einem geringeren spezifischen Gewicht als Wasser aus ihren Gemischen mit Wasser. Die Erfindung betrifft insbesondere die Auftrennung von Mischungen solcher Lösemittel mit Wasser, wie sie bei der Granulierung von Fluorpolymeren anfallen.

Aus der US-A 4 439 385 ist ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung eines agglomerierten Formpulvers aus einem aus der Schmelze nicht verarbeitbaren, körnigen Tetrafluorethylenpolymerisat-Primärpulver beschrieben. Hierbei durchläuft das Polymer zunächst eine Vorbehandlungsstufe, hierauf eine Agglomerierungsstufe und sodann eine Nachbehandlungsstufe, worauf das Polymer kontinuierlich abgezogen und das agglomerierte Pulver in bekannter Weise vom flüssigen Medium getrennt werden soll. Das den gesamten Prozeß durchlaufende flüssige Medium besteht aus Wasser und einer organischen Flüssigkeit, die das genannte Tetrafluorethylenpolymerisat zu benetzen vermag und in Wasser zu höchstens 15 Gew.-% löslich ist, wobei gewisse Gewichts-Volumen-Verhältnisse eingehalten werden. Nach Durchlaufen der Nachbehandlungsstufe soll das in Suspension im flüssigen Medium befindliche Agglomerat kontinuierlich abgezogen und einer kontinuierlich arbeitenden Filtriereinrichtung zwecks Trennung des agglomerierten Pulvers von der Hauptmenge des Wassers und von einem Teil der organischen Flüssigkeit zugeführt werden, wobei eine solche Filtriereinrichtung möglichst eine Rückgewinnung der eingesetzten organischen Flüssigkeit erlauben soll. Nähere Angaben finden sich jedoch nicht.

Aus der US-A 3 255 679 ist ein Verfahren und eine Vorrichtung bekannt, die ebenfalls zur Agglomeration von Polytetrafluorethylen-Formpulver dienen sollen. Die eingesetzten organischen Lösemittel können sowohl leichter als auch schwerer als Wasser sein. Die Abtrennung des organischen Lösemittels erfolgt durch Absaugen mit einer Wasserstrahlpumpe, wobei der Auslauf der Wasserstrahlpumpe in ein Beruhigungsgefäß gelangt. In dem in der Zeichnung dargestellten Fall setzt sich die organische Flüssigkeit als untere Schicht ab und wird über ein Bodenventil abgezogen, während das Wasser über einen seitlichen Auslaß abläuft.

In der Praxis hat es sich gezeigt, daß die Rückgewinnung der organischen Flüssigkeiten dann sehr aufwendig wird, wenn größere Durchsätze erfolgen. Insbesondere kommt es durch mitgerissenen Feststoff zum Zusetzen von Filtern und Leitungsrohren, so daß ein häufiges Abstellen und Reinigen erforderlich wird.

Schwierigkeiten macht die Auftrennung von organischer Flüssigkeit und Wasser vor allem auch dann, wenn große Mengen an Wasser anfallen, die verhältnismäßig geringe Mengen an organischer Flüssigkeit und zusätzlich noch feste Verunreinigungen enthalten. Insbesondere diese in Form eines feinen Schlammes mitgeführten Feststoffe erschweren eine rasche Phasentrennung, wie sie für eine möglichst verlustfreie Rückgewinnung der organischen Phase erforderlich ist, da die vom Lösemittel umhüllten Teilchen schlecht benetzbar sind und sich im Bereich der Phasengrenze ansammeln.

Es bestand deshalb die Aufgabe, mit Wasser nicht mischbare organische Lösemittel mit einer geringeren Dichte als Wasser aus einem Gemisch mit — auch großen Mengen — Wasser und gegebenenfalls festen Verunreinigungen mit geringem Aufwand möglichst quantitativ zurückzugewinnen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß das verunreinigte Lösemittel-Wasser-Gemisch unterhalb des Flüssigkeitsspiegels in einen wassergefüllten Behälter geleitet wird und zur Phasentrennung in diesem durch Umlenkung über eine ausreichende Strecke abwechselnd unterhalb und oberhalb von in der Oberphase angeordneten Einbauten (Wehren) geführt wird.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung besteht aus einem Trennbecken 1 mit einem Auslauf 2, der die Phasengrenze 3 definiert, einem in bezug auf diese Phasengrenze 3 höher einmündenden Zulauf 4 und den Flüssigkeitsstrom in Richtung des Auslaufs 2 leitende Einbauten 5, die so angeordnet sind, daß der Flüssigkeitsstrom abwechselnd oberhalb und unterhalb der Einbauten 5 geführt wird, und aus einem Auslauf 6 für das Lösemittel.

Bevorzugte Ausgestaltungen der Erfindung werden im folgenden näher erläutert.

Vorteilhaft wird ein weiterer Zulauf 7 vorgesehen, mit dem nach Bedarf der Vorrichtung Wasser zugeführt wird, um den Flüssigkeitsspiegel, auch beim Auftreten von Druckstößen in der Leitung 4, konstant zu halten.

Die Vorrichtung enthält weiterhin zweckmäßig einen Bodenauslaß 8 mit einem Auslaufventil 9, damit der abgesetzte Schlamm — kontinuierlich oder absatzweise — abgezogen werden kann.

Eine vorteilhafte Ausgestaltung der Erfindung besteht darin, über ein — zweckmäßig in der Höhe veränderbares — Rohr 10 den sich im Bereich der Phasengrenze 3 ansammelnden Feststoffanteil abzusaugen. Man erhält so den Feinkornanteil in einer Form, die leicht aufzuarbeiten ist.

Die Dimensionierung der Anlage, insbesondere die Anzahl der Einbauten 5 und die dadurch bewirkte Streckenlänge des Lösemittelstroms, richtet sich nach dem Dichteunterschied zwischen Lösemittel und Wasser und der gewünschten Reinheit des Lösemittels. Nötigenfalls wird der Fachmann einfache Vorversuche unternehmen.

Die Wahl des Werkstoffes richtet sich nach der Art des abzutrennenden und zu reinigenden Lösemittels und nach eventuellen Verunreinigungen. Wenn Rohdispersionen von Fluorpolymeren beispielsweise noch geringe Mengen an Fluorwasserstoff gelöst enthalten, wird man einen entsprechend resistenten Kunststoff als Material für die Vorrichtung oder für deren Auskleidung wählen.

Die Erfindung vermeidet somit alle Probleme, die durch mitgeführte Verunreinigungen, insbesondere feinkörnige Feststoffe, verursacht werden. Da keine Feinfilter mehr erforderlich sind, die zum Zusetzen neigen und entsprechend starke Pumpen erfordern, wird ein erheblicher Investitions- und Arbeitsaufwand vermieden. Darüber hinaus wird die Abtrennung eines mitgeführten Wertstoffes erheblich vereinfacht.

In dem folgenden Beispiel wird die Erfindung näher erläutert.

Beispiel

Ein Gemisch aus 1 Vol.-Teil Benzin, Siedepunkt 80 bis 110°C, und 14 Vol.-Teilen Wasser, das aus der Granulierung von Polytetrafluorethylen gemäß Beispiel 1 der US-A 4 439 386 stammt, wird in eine Vorrichtung gemäß Fig. 1 geleitet. Das Flüssigkeitgemisch enthält geringe Anteile an Polymer und festen Verunreinigungen. Das aus dem Auslauf 6 entnommene Benzin ist frei von Feststoffen und enthält nur noch circa 0,05 Vol.-% Was

ser.

Die Feststoffe sammeln sich am Boden des Gefäßes und können von Zeit zu Zeit über den Bodenauslaß 8 abgetrennt werden. Pro 10 000 l durchgesetztem Flüssigkeitsgemisch werden etwa 8 kg Feststoffe isoliert und auf Polytetrafluorethylen aufgearbeitet.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Rückgewinnung nicht wasser- 10
mischbarer Lösemittel mit einer geringeren Dichte
als Wasser aus ihren Gemischen mit Wasser, da-
durch gekennzeichnet, daß ein gegebenenfalls
verunreinigtes Lösemittel-Wasser-Gemisch unter- 15
halb des Flüssigkeitsspiegels in einen wassergefüll-
ten Behälter geleitet wird und zur Phasentrennung
in diesem durch Umlenken über eine ausreichende
Strecke abwechselnd unterhalb und oberhalb von
in der Oberphase angeordneten Einbauten geführt 20
wird.
2. Vorrichtung zur Rückgewinnung nicht wasser- 20
mischbarer Lösemittel mit einer geringeren Dichte
als Wasser aus Lösemittel-Wasser-Gemischen, ge-
kennzeichnet durch ein Trennbecken (1) mit einem
Auslauf (2), der die Phasengrenze (3) definiert, ei- 25
nem in bezug auf diese Phasengrenze (3) höher
eintründenden Zulauf (4) und den Flüssigkeits-
strom in Richtung des Auslaufs (2) leitende Einbau-
ten (5), die so angeordnet sind, daß der Flüssigkeits- 30
strom abwechselnd oberhalb und unterhalb der
Einbauten (5) geführt wird, und aus einem Auslauf
(6) für das Lösemittel.
3. Vorrichtung nach Anspruch 2, gekennzeichnet 35
durch einen weiteren Zulauf (7), der unterhalb des
Zulaufs (4) angeordnet ist.
4. Vorrichtung nach Anspruch 2 oder 3, gekenn- 40
zeichnet durch einen Bodenauslaß (8) mit einem
Auslaufventil (9) und/oder einem Rohr (10), das so
angeordnet ist oder angeordnet werden kann, daß
Feststoff im Bereich der Phasengrenze (3) abge- 45
trennt werden kann.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

45

50

55

60

65

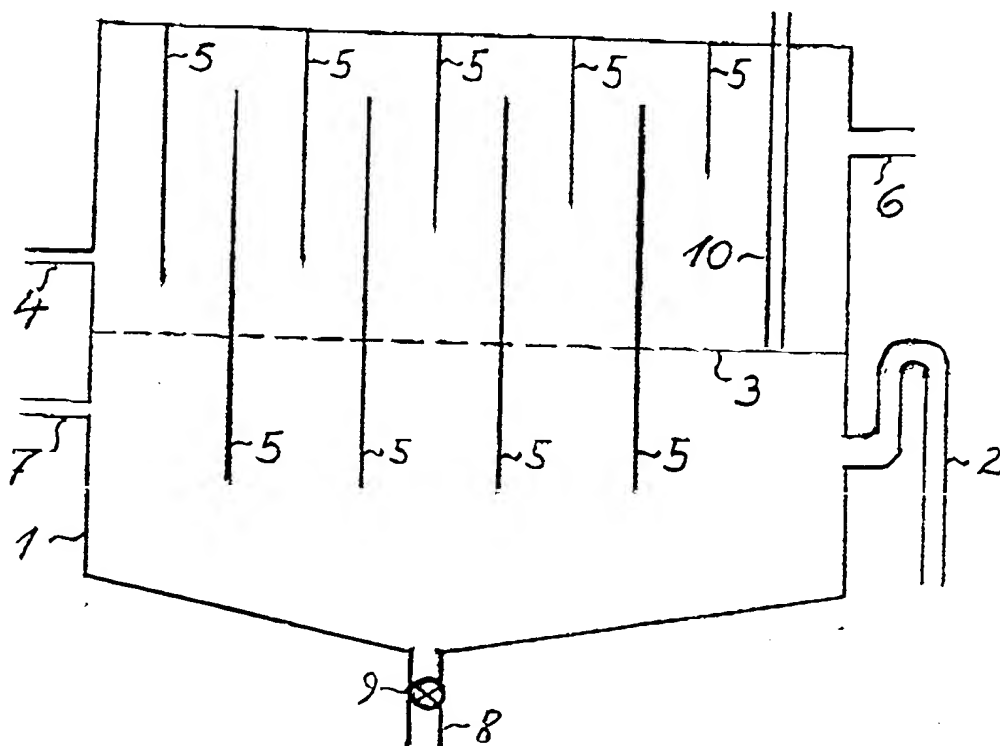


Fig. 1